

# ICPMS-2030 测定蜂蜜中的铅和镉元素含量

## ICPMS-059

**摘要：**本文参考 GB 5009.268-2016，利用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定了蜂蜜中铅和镉的含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.99998$ ，T07286QC 质控样的测定数据符合测定范围，6 份样品方法重现性小于 7.2%，铅的方法检出限为  $0.06\mu\text{g}/\text{kg}$ ，镉的方法检出限为  $0.5\mu\text{g}/\text{kg}$ 。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足蜂蜜中铅和镉元素含量的测定要求。

**关键词：**食品安全 GB 5009.268-2016 蜂蜜 多元素 ICPMS

蜂蜜是一种营养丰富的天然滋养食品，也是最常用的滋补品之一。据分析，含有与人体血清浓度相近的多种无机盐和和维生素、铁、钙、铜、锰、钾、磷等多种有机酸和有益人体健康的微量元素，以及果糖、葡萄糖、淀粉酶、氧化酶、还原酶等，具有滋养、润燥、解毒、美白养颜、润肠通便之功效，对少年儿童咳嗽治疗效果很好。

营养的同时我们也需要关注蜂蜜是否受到有害重金

属的污染，比如铅和镉，铅通过在人体内蓄积导致慢性中毒，损害人的造血系统和神经系统，镉中毒不仅损害人的肾脏和骨骼，且致畸、致癌、致突变。

本文参考 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，利用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定了蜂蜜中铅和镉的含量。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足蜂蜜中铅和镉元素含量的测定要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的采集和样品前处理

移取 0.5 g 试样于微波消解罐中，加入 5 mL  $\text{HNO}_3$ ，静置 30 min，放入微波消解仪进行消解，冷却后用超纯水定容至 100 mL 容量瓶中，摇匀，待测。同法制备样品空白溶液和质控样。

### 1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

矩管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：5.0 V

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

利用5%的硝酸液配制Pb和Cd的混合标准溶液，各元素标准溶液浓度见表1。内标元素In、Bi浓度均为50 μg/L，采用内标组件在线添加。

表1 元素限值及标准曲线溶液浓度系列

元素	质量数 (amu)	标准曲线系列 (μg/L)				
Cd	114	0	1	2	5	10
Pb	<206>+<207>+<208>	0	1	2	5	10

备注：1. 测定为氦气碰撞模式

2. <206>+<207>+<208> 采用干扰校正方式设置

2.2 部分元素标准曲线如下：

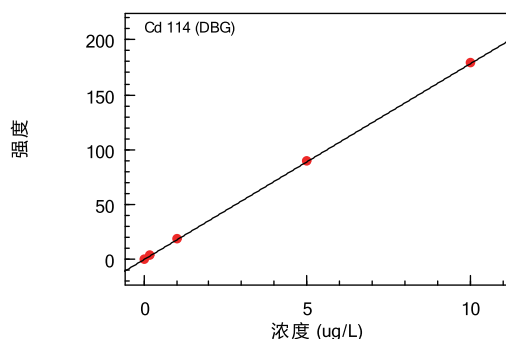


图1 Cd元素的标准曲线  $r=1.00000$

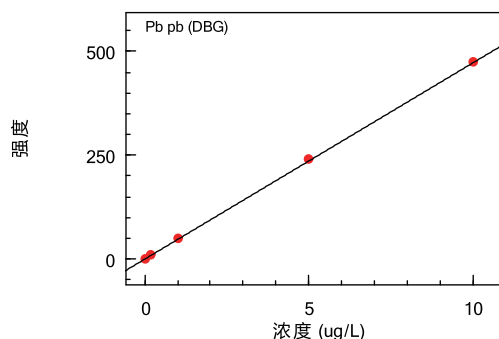


图2 Pb元素的标准曲线  $r=0.99998$

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

### 2.3 方法检出限、样品分析结果及加标回收率

按照实验方法，对空白溶液重复测定10次，取3倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限；测定质控样品中的Pb和Cd含量，每个样品重复测定3次；数据见表2。

平行测试6个质控样，以考察方法的重现性，数据见表3。

表2 样品分析结果、方法检出限

元素	内标	分析结果 (μg/kg)	RSD(n=3) (%)	质控标准值 (μg/kg)	方法检出限 (μg/kg)
Cd	In <sup>115</sup>	25.2	1.46	27.3 (15.2-39.0)	0.5
Pb	Bi <sup>208</sup>	100	0.61	99.3 (55.6-143.0)	0.06

结果显示，岛津 ICPMS-2030 质谱仪测定蜂蜜中的元铅和镉含量，满足质控数据要求。

表3 方法重现性

元 素	1#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	3#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	4#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	5#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6#样品 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	RSD (%)
Cd	25.4	25.2	26.0	25.7	25.9	24.5	2.2
Pb	119	99.9	119	103	110	108	7.2

结果表明，6 份样品的方法重现性低于 7.2%。

## ■ 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定蜂蜜中铅和镉的含量，元素线性关系及重复性良好，定量准确，各元素的相关系数  $r > 0.99998$ ，测定值与质控值吻合，6 份样品的方法重现性低于 7.2%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足蜂蜜中铅和镉的含量测试要求。